

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 61-222985

(43)Date of publication of application : 03.10.1986

(51)Int.Cl.

C30B 15/22  
// H01L 21/18

(21)Application number : 60-064430

(71)Applicant : TOSHIBA CORP

(22)Date of filing : 28.03.1985

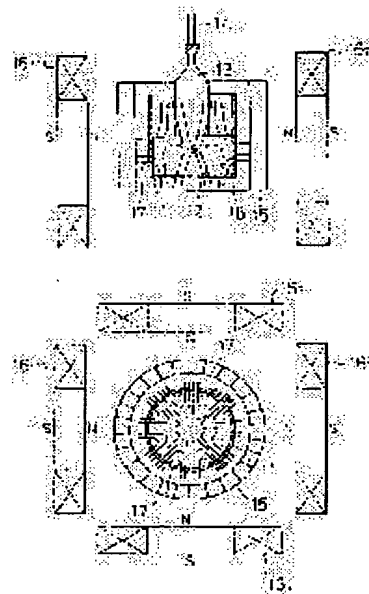
(72)Inventor : NISHIO JOSHI  
WASHITSUKA SHOICHI  
TERAJIMA KAZUTAKA  
YASHIRO SATAO  
WATANABE MASAYUKI

## (54) PRODUCTION UNIT FOR SINGLE CRYSTAL

### (57)Abstract:

**PURPOSE:** To produce high-quality single crystal having uniform crystallizability in good workability free from contamination from a crucible, by controlling the number of magnets to impress a magnetic field to melt of raw material in the crucible, arrangements of the magnets, and direction of magnetic pole.

**CONSTITUTION:** A raw material is put in the crucible 11, heated by the heater 15, and melted to the melt 12 of raw material. The three or more magnets 16 are arranged at equal intervals on the circumference having the axis of the crucible 11 as the center in such a way that the magnetic poles at the crucible 11 side are the same pole, the magnetic field 17 is impressed on the melt 12 of the raw material so that a magnetic field wherein direction of line of magnetic force at any point on the wall of the crucible 11 is slightly deviated from direction of crucible diameter is made, seed crystal is brought into contact with the melt 12, and pulled up, to produce the pulled single crystal 13.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

## ⑫ 公開特許公報(A)

昭61-222985

⑬ Int. Cl.<sup>4</sup>

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 昭和61年(1986)10月3日

C 30 B 15/22  
// H 01 L 21/188518-4G  
7739-5F

審査請求 未請求 発明の数 1 (全5頁)

⑮ 発明の名称 単結晶の製造装置

⑯ 特 願 昭60-64430

⑰ 出 願 昭60(1985)3月28日

⑱ 発 明 者	西 尾	讓 司	川崎市幸区小向東芝町1番地	株式会社東芝総合研究所内
⑱ 発 明 者	鷲 塚	章 一	川崎市幸区小向東芝町1番地	株式会社東芝総合研究所内
⑱ 発 明 者	寺 嶋	一 高	川崎市幸区小向東芝町1番地	株式会社東芝総合研究所内
⑱ 発 明 者	八 代	佐 多 夫	川崎市幸区小向東芝町1番地	株式会社東芝総合研究所内
⑱ 発 明 者	渡 辺	正 幸	川崎市幸区小向東芝町1番地	株式会社東芝総合研究所内
⑲ 出 願 人	株 式 会 社 東 芝		川崎市幸区堀川町72番地	
⑳ 代 理 人	弁 理 士 鈴 江 武 彦		外2名	

## 明 細 書

## 1. 発明の名称

単結晶の製造装置

## 2. 特許請求の範囲

(1) ルツボ内に収容した原料融液に直流磁界を印加してチョクラルスキー法により単結晶を引上げ製造する単結晶の製造装置において、前記ルツボの周囲にこのルツボの軸心を通り該軸心に直交する方向に磁界を形成する少なくとも3個の磁石を配置すると共に、これらの磁石を前記ルツボの軸心を中心とする円周上に等間隔に配置し、且つそれぞれの磁石のルツボ側の磁極を同極としたことを特徴とする単結晶の製造装置。

(2) 前記磁石は、前記ルツボの四方に対向配置された4つの磁石からなるものであることを特徴とする特許請求の範囲第1項記載の単結晶の製造装置。

## 3. 発明の詳細な説明

(発明の技術分野)

本発明は、導電性を有する原料融液からチョク

ラルスキー法により単結晶を引上げ製造する単結晶の製造装置に係わり、特にルツボ軸と直交する方向に磁界を印加する単結晶の製造装置に関する。

(発明の技術的背景とその問題点)

従来、原料融液から単結晶を製造する方法として、チョクラルスキー法が広く用いられている。このチョクラルスキー法では、結晶原料を収容したルツボと加熱ヒータとを同心的に配置し、加熱ヒータに電流を流して原料を加熱溶融する。そして、所望の種結晶を原料融液に接触させ、種結晶を回転させながら徐々に引上げることによって、単結晶を成長させている。

ルツボ内の原料融液(溶融体)は加熱ヒータにより主に側面から加熱されるので、溶融体の中心部の温度は外周部の温度より低くなり、溶融体の熱対流が発生する。現在行われている単結晶引上げの溶融体条件の場合、溶融体内は攪乱状態となり、固液界面境界層は波立った状態となる。

このような乱流で揺ぎの多い攪乱状態の熱対流が存在すると、溶融体内、特に固液界面での温度

変動が激しくなり、固液界面境界層厚の位置的時間的変動が激しく、成長中の結晶の微視的再溶解が顕著となり、成長した単結晶中には転位ループ、積層欠陥等が発生する。しかも、この欠陥部分は不規則な固液界面の変動により単結晶引上げ方向に対して不均一に発生するため、成長軸となって現れ、特性の不均一性をもたらす等の悪影響を及ぼす。

近年、溶融体が導電性を有する物質では、熱対流を抑制し、熱的・化学的平衡状態に近い成長条件で単結晶引上げを行うために、融液に直流磁場を印加する方法が提案されている（特開昭56-104791号公報）。この方法では、第2図（a）に示す如くルツボ31を囲んだ加熱ヒータ35を挟んで2個の磁石36（36<sub>1</sub>、36<sub>2</sub>）を設置し、これらの磁石36から発生するルツボ軸と垂直方向の直流磁界37を溶融体32に印加している。そして、溶融体として例えばシリコンを用いた場合、1500～3000ガウスの磁界を印加することにより、熱対流38（38a、38b）

を抑制して成長軸の少ない単結晶を育成できると報告されている。なお、図中33は引上げ結晶、34は引上げ軸を示している。

しかしながら、この種の方法にあっては次のような問題があった。即ち、ルツボ軸と直交する方向の磁界37を溶融体32に印加する場合、ルツボ径方向の磁界と平行な対流成分38bは抑制されないことから、溶融体32のルツボ面内の温度分布は、第2図（b）に実線Pで示す如く楕円状の形となる。このため、結晶の中心部では、成長軸がないにも拘らず、周辺部では逆に結晶回転方向の温度むらに依存した成長軸が強調されると云う問題がある。つまり、結晶全体に亘って高い均一性は得られないと云う欠点があった。

一方、単結晶引上げ炉の外壁の上下に第3図（a）に示す如く同極対向磁石36を配置し、溶融体32内に等軸対称的、且つ放射状のカスプ磁場を作り、溶融体32内の対流を抑制する方法も考案されている（特開昭58-217493号公報）。この方法では、ルツボ面内の磁力線37の

向きが第3図（b）に示す如く等軸対称になっているので、乱流及び揺ぎのルツボ径方向成分の抑制には余り効果がなく、完全に成長軸のない均一な結晶性を持つ単結晶は得られない。また、単結晶引上げ炉のクリーニング、メンテナンス及び炉部材、原料のセット及び取出しが操作上困難であり、作業性が著しく低下すると云う問題がある。（発明の目的）

本発明は上記事情を考慮してなされたもので、その目的とするところは、対流の結晶回転方向成分、ルツボ径方向成分及びルツボ軸方向成分とも乱流成分及び揺ぎを抑制することができ、成長軸のない均一な結晶性を有し、且つルツボからの汚染の少ない高品質単結晶を作業性良く製造することのできる単結晶製造装置を提供することにある。（発明の概要）

本発明の骨子は、ルツボ内の原料融液に磁界を印加する磁石の個数、配置例及び磁極の方向を最適に制御することにより、ルツボ壁上の任意の点における磁力線の向きがルツボ径方向より僅かに

ずれる磁場を形成することにある。

即ち本発明は、ルツボ内に収容した原料融液に直流磁界を印加してチョクラルスキー法により単結晶を引上げ製造する単結晶の製造装置において、前記ルツボの周囲にこのルツボの軸心を通り該軸心に直交する方向に磁界を形成する複数（3個以上）の磁石を配置すると共に、これらの磁石を前記ルツボの軸心を中心とする円周上に等間隔に配置し、且つそれぞれの磁石のルツボ側の磁極が同極になるように配置したものである。

（発明の効果）

本発明によれば、ルツボ壁上の任意の点における磁力線の向きがルツボ径方向より僅かにずれる磁場を得ることができるので、次の①～③のような効果が得られる。

① 対流のあらゆる方向の乱流成分及び揺ぎが抑制されるため、成長軸のない均一な結晶性を有し、且つルツボからの汚染の少ない高品質単結晶を製造することができる。

② 磁石の配置位置がルツボの上下でなく、ルツ

ポの側部周囲であるので、複数の磁石からなる磁場印加部の取外しが簡単になる。このため、単結晶引上げ炉のクリーニング、メンテナンス及び炉部材のセット取出しが容易であり、作業性の向上をはかり得る。

③ 磁場印加部を移動自在に構成することで、複数の単結晶引上げ炉が一台の磁場印加部で賄えることになり、生産性を向上することが可能となる。  
(発明の実施例)

以下、本発明の詳細を図示の実施例によって説明する。

第1図(a)(b)は本発明の一実施例に係わる単結晶製造装置を模式的に示す概略構成図であり、(a)は縦断面、(b)は横断面に相当するものである。図中11、～、15は前記第2図及び第3図に示した31、～、35に対応するものであり、11はルツボ、12は原料融液、13は引上げ単結晶、14は引上げ軸、15は加熱ヒータである。

ここまでの構成は従来装置と同様であり、本実

まず、原料となるGa(1500g)とAs(1700g)とを直径150[mm]のPBN製ルツボ11内に收容し、続いてB<sub>2</sub>O<sub>3</sub>(600g)をルツボ11内に收容した。次いで、ルツボ11を加熱ヒータ15の内側にセットした後、引上げ炉を10<sup>-4</sup>[torr]程度まで真空引きした。その後、Arガスにより引上げ炉内を40[atm]に加圧した後完全に溶解してから、磁石16により前述した磁界17を原料融液12に印加した。磁場の平均値は磁石ポールピース間で10～12[KG]であった。

原料融液12の温度を約1240[℃]に保持し、種結晶を融液12に接触させて馴染ませた後、7[mm/h]の引上げ速度で<100>方向に引上げ、直径85[mm]、長さ90[mm]のGaAs単結晶を引上げ成長した。

かくして製造されたGaAs単結晶は、その転位密度が小さく均一性に優れたものであった。即ち、磁場を印加しないで作成した単結晶の転位密度は円形断面の周辺部で10<sup>6</sup>[cm<sup>-2</sup>]以上であ

実施例がこれと異なる点は、磁場印加のための磁石の個数及び配置例にある。即ち、本実施例では、4個の電磁石16(16<sub>1</sub>、～、16<sub>4</sub>)をルツボ11の周囲に配置している。ここで、磁石16<sub>1</sub>、16<sub>2</sub>はルツボ軸と直交する方向にルツボ11を挟んで対向配置され、磁石16<sub>3</sub>、16<sub>4</sub>は上記ルツボ軸及び磁石16<sub>1</sub>、16<sub>2</sub>の対向方向と直交する方向にルツボ11を挟んで対向配置されている。そして、これらの磁石16とルツボ11との間の距離はそれぞれ等しく、また磁石16のルツボ側はそれぞれN極となっている。

このような構成であれば、磁石16の作る磁界17の分布は第1図(b)に示す如くなる。即ち、ルツボ壁上の任意の点における磁力線の向きが、ルツボ径方向より僅かにずれる磁場が得られる。これにより、あらゆる対流の結晶回転方向成分、ルツボ径方向成分及びルツボ軸方向成分とも乱流成分及び揺ぎが抑制されることになる。

次に、上記装置を用いたGaAs単結晶の製造方法について説明する。

したが、本実施例で得た単結晶の転位密度は円形断面の周辺部でも10<sup>4</sup>[cm<sup>-2</sup>]以下であり、SIMS等による測定の結果、結晶内残留不純物濃度が約1/10になり、また単結晶の成長溝はなくなっていた。

このように本実施例によれば、ルツボ軸と直交する面内に同極四方向磁石16を配置し、ルツボ壁上の任意の点における磁力線の向きが、ルツボ径方向より僅かにずれる磁場を作るため、結晶回転方向、ルツボ径方向及びルツボ軸方向の溶融体の対流の各部において略直交する磁場が得られ、これによって対流の乱流成分及び揺ぎを抑制することができる。このため、均一な結晶性を有し、且つ欠陥の少ないGaAs単結晶を製造することができる。さらに、ルツボ径方向の溶融体の対流の抑制効果により、ルツボ内面から溶融体への汚染を防止できるので、高純度・高品質単結晶の製造が可能となる。また、複数の磁石16の配置位置がルツボ11の側部周囲であるので、引上げ炉のクリーニング、メンテナンス及び炉部材のセ

ット取出しが容易であり、作業性の向上をはかり得る等の利点もある。

なお、本発明は上述した実施例に限定されるものではない。例えば、前記磁石の個数は4個の限るものではなく、3個或いは5個以上であってもよい。つまり、複数の磁石は、ルツボ軸を中心とする円周上に等間隔に配置され、ルツボ軸を通り該軸方向と直交する方向に磁界を印加するものであればよい。但し、それぞれの磁石のルツボ側は同極とする必要がある。また、原料融液はGaAsに限るものではなく、導電性を有するものであれば同様に適用することができる。例えば、GaP、InP、InSb、Si等の単結晶の製造にも同様の効果が得られることは勿論のことである。その他、本発明の要旨を逸脱しない範囲で、種々変形して実施することができる。

#### 4. 図面の簡単な説明

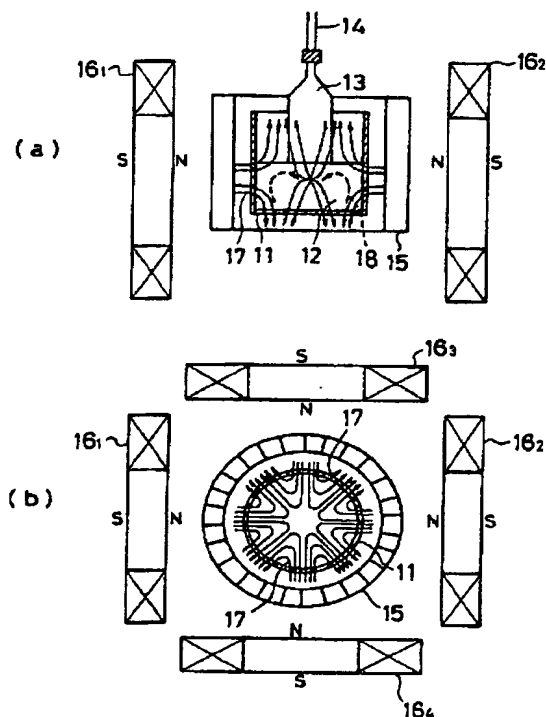
第1図(a)(b)は本発明の一実施例に係わる単結晶製造装置の概略構成を説明するためのもので(a)は縦断面図、(b)は横断面図、第2

図(a)(b)及び第3図(a)(b)はそれぞれ従来装置の問題点を説明するための図である。

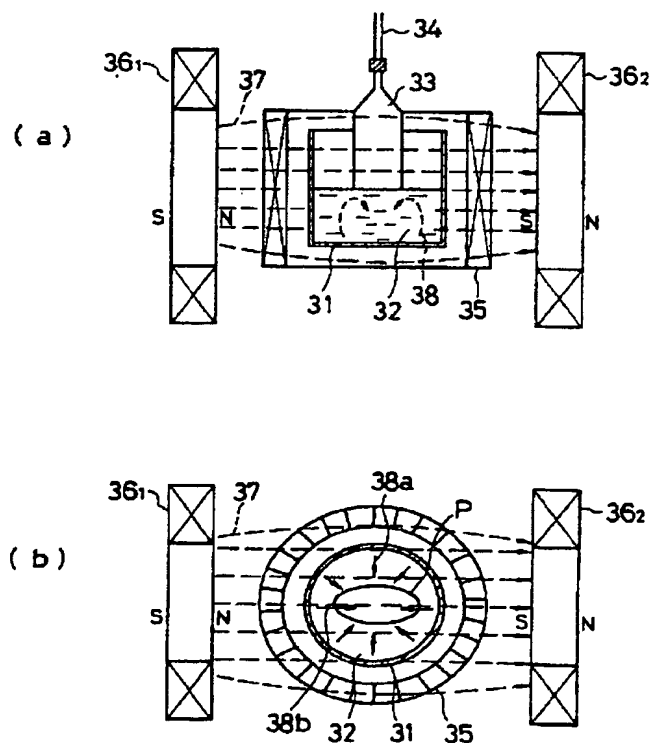
11…ルツボ、12…原料融液、13…引上げ単結晶、14…引上げ軸、15…加熱ヒータ、16、16<sub>1</sub>、～、16<sub>4</sub>…磁石、17…磁界、18…対流成分。

出願人代理人 弁理士 鈴江武彦

第 1 図



第 2 図



第 3 図

